

PAT-NO: JP411051618A  
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 11051618 A  
TITLE: FILM THICKNESS DETECTING METHOD FOR MULTI-  
LAYERED THIN FILM  
PUBN-DATE: February 26, 1999

INVENTOR-INFORMATION:  
NAME  
NARIAI, MASANORI  
RANSTEN, ANDREW

ASSIGNEE-INFORMATION:  
NAME COUNTRY  
MITSUBISHI CHEM CORP N/A

APPL-NO: JP09225803  
APPL-DATE: August 7, 1997

INT-CL (IPC): G01B011/06, G02B005/28

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide the improved film thickness measuring instrument which can measure a thicker multi-layered film with high precision.

SOLUTION: A sample 10 having a multi-layered thin film is irradiated with the light from a white light source 1 and the light reflected by the sample is spectrally diffused by a multichannel spectroscope 8. Further, a signal processor 7 after reducing reflection spectra other than the object of measurement according to the spectrum patterns of the light source 1 and the respective layers of the sample 10 performs the wave front conversion of the reflection spectrum. Then a DC component is removed through a

smoothing  
differentiating process and then fast Fourier transformation is  
performed to  
detect the film thickness.

COPYRIGHT: (C) 1999, JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-51618

(43) 公開日 平成11年(1999) 2月26日

(51) IntCl<sup>6</sup>

識別記号

F I

G 0 1 B 11/06

G 0 1 B 11/06

Z

G 0 2 B 5/28

G 0 2 B 5/28

審査請求 未請求 請求項の数4 F D (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平9-225803

(22) 出願日 平成9年(1997) 8月7日

(71) 出願人 000005968

三菱化学株式会社

東京都千代田区丸の内二丁目5番2号

(72) 発明者 成合 正彦

神奈川県横浜市青葉区鶴志田町1000番地

三菱化学株式会社横浜総合研究所内

(72) 発明者 ランステン アンドリュウ

神奈川県横浜市青葉区鶴志田町1000番地

三菱化学株式会社横浜総合研究所内

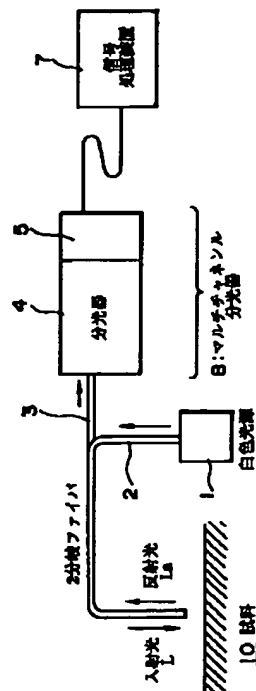
(74) 代理人 弁理士 岡田 数彦

(54) 【発明の名称】 多層薄膜の膜厚検出方法

(57) 【要約】

【課題】 一層薄い厚さの多層膜をより高精度に測定可能な改良された膜厚検出方法を提供する。

【解決手段】 多層薄膜を有する試料(10)に白色光源(1)の光を照射し、当該試料から反射した光をマルチチャンネル分光器(6)で分光すると共に、信号処理装置(7)において、光源(1)と試料(10)の各層のスペクトルパターンに基づき、測定対象外の反射スペクトルを低減させた後、反射スペクトルを波数変換し、次いで、平滑化微分処理して直流成分を除去した後、高速フーリエ変換して膜厚を検出する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 多層薄膜を有する試料に白色光を照射し、当該試料から反射した光を分光すると共に、光源と各層のスペクトルパターンに基づき、測定対象外の反射スペクトルを低減させた後、反射スペクトルを波数変換し、次いで、平滑化微分処理して直流成分を除去した後、高速フーリエ変換することにより、薄膜の膜厚を検出することを特徴とする多層薄膜の膜厚検出方法。

【請求項2】 次式で示されるハイパスフィルター（ $y_t$ ）を使用して平滑化微分処理する請求項1に記載の多層薄膜の膜厚検出方法。

【数1】

$$y_t = \sum_{i=1} b_i x_{t+i+1} - \sum_{j=1} a_j y_{tj}$$

【請求項3】 次式で示されるハニング窓（ $W_n$ ）による処理を施して高速フーリエ変換する請求項1又は2に記載の多層薄膜の膜厚検出方法。

【数2】

$$W_n = 1/2 \{1 - \cos(2\pi \cdot n/N)\}$$

但し、 $1 \leq n \leq N$ 

【請求項4】 次式で示されるマトリックス（ $A$ ）の固有ベクトルであるスレビアン窓による処理を施して高速フーリエ変換する請求項1又は2に記載の多層薄膜の膜厚検出方法。

【数3】

$$A = \begin{pmatrix} a_{11} & a_{12} & \dots & \dots & a_{1N} \\ a_{21} & a_{22} & \dots & \dots & a_{2N} \\ \vdots & & \ddots & & \vdots \\ a_{N1} & a_{N2} & \dots & \dots & a_{NN} \end{pmatrix}$$

$$a_{jk} = \sin \{2\pi W(j-k)\} / \pi(j-k)$$

N: 点数

W: バンド幅 (0~0.5)

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、多層薄膜の膜厚検出方法に関するものであり、詳しくは、電子写真感光体の有機光導体層などの多層薄膜の厚さを検出する多層薄膜の膜厚検出方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 光透過性の薄膜の厚さを反射光によって測定する繰返し反射干渉法は、試料を非破壊で測定できる等の点で優れており、中でも、分光された光を瞬時にセンサーで検出するマルチチャンネルディテクタ方式の可視光による測定方法は、メカニカルな駆動部のない測定装置を使用できる点において有利である。斯かる測定

方法は、白色反射光スペクトルをマルチチャンネル分光器で解析し、得られた振幅反射率から反射強度を演算した後、波長の中の極値を与える波長および材料の屈折率に基づき、Newton法を利用し且つ初期値としての膜厚を設定して繰返し手法により膜厚の近似値を得るものである。

【0003】 しかしながら、上記の薄膜の測定方法は、電子写真感光体の有機光導体層などの多層膜に適用した場合、信号処理において問題が生じる。すなわち、上記の繰返し手法において、演算の初期値として設定する膜厚の値が実際の値から隔たっている場合には、解が速く求まらなかったり又は別の解になったりすることがある。また、膜層数が多い場合は、繰返し回数が多くなり、処理時間が長くなるため、インライン等での実際的な処理には不向きである。

【0004】 そこで、特開平7-294220号公報に記載される様に、本発明者等は、先に、高速フーリエ変換（FFT）の手法を使用し、多層薄膜の厚さを高速に且つ高精度に検出する膜厚検出方法を提案している。上記の公報に記載の多層薄膜の膜厚検出方法は、試料に白色光を照射し、試料から反射した光を分光し、その反射スペクトルをハニング窓処理し且つ高速フーリエ変換してエネルギースペクトルを得た後、その波形を波数変換処理して薄膜の膜厚を特定する方法である。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 ところで、昨今の電子写真感光体においては、カラーコピーやより高解像度の画像処理に対応するため、厚さがより均一で且つ0.4~1.5 $\mu$ mと言った一層薄い膜が形成される。その結果、上記の膜厚検出方法では、測定対象の薄膜層からの反射光に対し、下地のスペクトルを含む反射光が影響して十分な解析精度が得られない場合がある。本発明は、斯かる実情に鑑みなされたものであり、その目的は、一層薄い厚さの多層膜をより高精度に測定可能な改良された膜厚検出方法を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】 上記の課題を解決するため、本発明に係る多層薄膜の膜厚検出方法は、多層薄膜を有する試料に白色光を照射し、当該試料から反射した光を分光すると共に、光源と各層のスペクトルパターンに基づき、測定対象外の反射スペクトルを低減させた後、反射スペクトルを波数変換し、次いで、平滑化微分処理して直流成分を除去した後、高速フーリエ変換することにより、薄膜の膜厚を検出することを特徴としている。

【0007】 また、上記の膜厚検出方法においては、周波数域の直流成分を効果的に除去するため、次式で示されるハイパスフィルター（ $y_t$ ）を使用して平滑化微分処理するのが好ましい。

【0008】

【数4】

$$y_t = \sum_{i=1}^N b_i x_{t+i} - \sum_{j=1}^N a_j y_{t-j}$$

【0009】更に、周波数域において有効なピークを顕在化させ、高速フーリエ変換を効率的に行うため、次式で示されるハニング窓 ( $W_0$ ) による処理を施して高速フーリエ変換するのが好ましい。

【0010】

【数5】

$$W_n = 1/2 \{1 - \cos(2\pi \cdot n/N)\}$$

但し、 $1 \leq n \leq N$ 

【0011】また、周波数域において有効なピークを一層顕在化させるため、上記ハニング窓に替え、次式で示されるマトリックス ( $A$ ) の固有ベクトルであるスレビアン窓による処理を施して高速フーリエ変換してもよい。

【0012】

【数6】

$$A = \begin{pmatrix} a_{11} & a_{12} & \dots & \dots & a_{1N} \\ a_{21} & a_{22} & \dots & \dots & a_{2N} \\ \vdots & \vdots & \ddots & \ddots & \vdots \\ a_{N1} & a_{N2} & \dots & \dots & a_{NN} \end{pmatrix}$$

$$a_{jk} = \sin \{2\pi W(j-k)\} / \pi(j-k)$$

N: 点数

W: バンド幅 (0~0.5)

【0013】

【発明の実施の形態】図面を参照し、本発明に係る多層薄膜の膜厚検出方法の実施形態を説明する。図1は、膜厚検出装置の一構成例を示すブロック図である。図2は、試料の層構成を模式的に示した断面図である。図3は、平滑化微分処理にハイパスフィルターを使用した場合の周波数応答を示す図である。図4は、周波数域の処理において使用されるハニング窓による処理例を示す図である。図5は、周波数域の処理において使用されるスレビアン窓による処理例を示す図である。

【0014】本発明の膜厚検出方法は、図1に示す様な膜厚検出装置を使用し、多層薄膜を有する試料 (10) における所定の膜の厚さを非破壊で検出する方法である。多層薄膜を有する試料 (10) としては電子写真感光体などが挙げられる。電子写真感光体は、例えば、シート状または円筒状の基体の表面にアルミニウム導電層を形成し、斯かる導電層の上に下引層を介して電荷発生層、電荷移動層などの感光層を順次形成して成る。

【0015】下引層は、0.5~3 $\mu$ m程度の厚さで形成された共重合ナイロン等の塗膜である。感光層は、従

来公知の各種の感光体材料の塗布液によって形成される。斯かる塗布液としては、感光体材料と1種以上の溶媒から成る従来公知の各種のものを使用することが出来る。電荷発生物質としては、スーダグレッド、ダイアンブルー等のアゾ顔料の他、ジスアゾ顔料、キノン顔料、フタロシアニン顔料、ヒリリウム塩、アズレニウム塩などが挙げられる。電荷輸送物質としては、主鎖または側鎖にアントラセン、ピレン等の多芳香族化合物またはインドール、カルバゾール等の含窒素環式化合物の骨格を有する化合物、その他、ヒドラゾン化合物など正孔輸送物質が挙げられる。感光層が積層型の場合、例えば、電荷発生層は0.3~1.0 $\mu$ mの厚さで形成され、電荷移動層は15~40 $\mu$ mの厚さで形成される。

【0016】なお、以下の説明においては、試料 (10) の層構成を図2に示す様な層構成として説明する。図2に示す層構成において、符号 ( $d_1, d_2, \dots, d_N$ ) は基材表面の各薄膜層の厚さを示し、符号 ( $n_0, n_1, n_2, \dots, n_N$ ) は基板とその表面の各薄膜層の屈折率、符号 ( $n_{N+1}$ ) は試料 (10) 表面の空気屈折率をそれぞれ示す。

【0017】図1に示す膜厚検出装置は、白色光源 (1)、光ファイバー (2, 3)、マルチチャンネル分光器 (6) 及び信号処理装置 (7) から主として構成される。光ファイバー (2, 3) は、2分岐ファイバーであり、白色光源 (1) から発光された光を試料 (10) に照射する光ファイバー (2) と、試料 (10) からの反射戻り光を捕捉してマルチチャンネル分光器 (6) に導入する光ファイバー (3) とから成る。マルチチャンネル分光器 (6) は、光ファイバ (3) からの入射光を分光する分光器 (4) 及び分光スペクトルの強度を検出して信号処理装置 (7) に信号出力するマルチチャンネルディテクタ (5) によって構成される。そして、信号処理装置 (7) には、入力された信号に基づき、所定の演算処理を行う演算処理手段が含まれる。

【0018】本発明の膜厚検出方法では、図1に示す様に、まず、試料 (10) に対し、光ファイバ (2) を介し、白色光源 (1) の光を垂直 ( $\theta=0$ ) に照射すると共に、光ファイバ (3) を介し、試料 (10) で反射した光をマルチチャンネル分光器 (6) の分光器 (4) に導入して分光する。次いで、マルチチャンネルディテクタ (5) によって分光スペクトルの強度を検出し、得られた分光スペクトルの強度信号を信号処理装置 (7) に入力して演算処理する。

【0019】本発明においては、信号処理装置 (7) に反射スペクトルを入力した際、各層の吸収による強度影響を受けて測定誤差が増大するのを防止するため、まず、試料 (10) の各層において下層側へ透過する様な吸収のない波長範囲を選択する。更に、各層を形成する薄膜間の干渉を補完するため、波長域において、予め確認された光源と各層の反射スペクトルパターンとに基づ

5

き、測定対象以外の層の反射スペクトルを低減させておく。特に、試料(10)が電子写真感光体の場合、基材や導電層を構成するアルミニウムによる反射スペクトルのピークを補正することが有効である。

【0020】次いで、得られた反射スペクトルを波数変換することにより、波長域から周波数域の信号に変換する。波長域の信号は、波長( $\lambda$ )の逆数、すなわち、波数( $\sigma$ )に変換すると、 $d = (1/2n)(1/\Delta\sigma)$  (但し、 $n$ は屈折率)の関係から、膜厚 $d$ は、次式の様に、その差 $\Delta\sigma = \sigma_1 - \sigma_2$  ( $\sigma_i = \lambda_i^{-1}$ ,  $i = 1, 2$ )のみに依存し、測定開始波長( $\lambda_1$ )からは独立になる。

【0021】

【数7】

$$d = (m/2n_1)(1/\cos\theta)(1/\sigma) \\ m = 1$$

【0022】そこで、直流成分を除去するため、波数変換した信号を平滑化微分処理する。本発明においては、平滑化微分処理するに当たり、次式で示される所謂ハイパスフィルター( $y_t$ ) (Chebyshev High-Pass Filter)が使用される。例えば、ハイパスフィルター( $y_t$ )により、20周期以下の信号を40db程度に減衰させた状態においては、図3に示す様な周波数応答が得られる。斯かるハイパスフィルター( $y_t$ )の使用により、周波数域における直流成分を効果的に除去できる。

【0023】

【数8】

$$y_t = \sum_{i=1} b_i x_{t+i+1} - \sum_{j=1} a_j y_{tj}$$

【0024】次に、ハイパスフィルター( $y_t$ )によって直流成分を除去し、平滑化微分処理した波数信号に対し、所定の窓関数による処理を施す。窓関数としては、所謂ボックスカー窓 (Boxcar window)、ハニング窓 (Hanning window)、スレピアン窓 (Slepian window) 等の関数を使用し得る。

【0025】波数信号に上記の様な窓関数を適用する理由は次の通りである。すなわち、反射スペクトルを検出するマルチチャネルディテクタ(5)のセンサの個数が例えば1024個と言った有限数のため、そのまま後段の高速フーリエ変換を行うと信号の両端の値(1番目と最後のセンサの値)によって結果が大きく影響されるからである。

【0026】本発明においては、次式で示す改良されたハニング窓( $W_n$ )による処理を施すのが好ましい。斯かるハニング窓処理により、周波数域において有効なピ\*

6

\*ークを顕在化させることが出来る。例えば、1024個の測定データを上記ハニング窓( $W_n$ )によって処理した場合の振幅の大きさは図4に示す様に補正される。

【0027】

【数9】

$$W_n = 1/2 \{1 - \cos(2\pi \cdot n/N)\}$$

但し、 $1 \leq n \leq N$ 

【0028】また、本発明においては、上記ハニング窓に替え、次式で示されるマトリックス(A)の固有ベクトルであるスレピアン窓による処理を施してもよい。斯かるスレピアン窓処理により、周波数域において有効なピークを一層顕在化させることが出来る。例えば、上記と同様の1024個の測定データを上記スレピアン窓によって処理した場合の振幅の大きさは図5に示す様に補正される。

【0029】

【数10】

$$A = \begin{pmatrix} a_{11} & a_{12} & \dots & \dots & a_{1N} \\ a_{21} & a_{22} & \dots & \dots & a_{2N} \\ \vdots & & \ddots & & \vdots \\ a_{N1} & a_{N2} & \dots & \dots & a_{NN} \end{pmatrix}$$

$$a_{jk} = \sin \{2\pi W(j-k)\} / \pi(j-k)$$

N: 点数

W: バンド幅 (0~0.5)

30 【0030】上記の様な各窓関数による処理の結果、測定すべき薄膜層からの反射光に対し、以下の処理過程で得られる周波数データに対してより接近した周波数の分離を改善できる。そして、各窓処理した信号は、高速フーリエ変換することにより厚さデータとして処理でき、所定の薄膜の膜厚 $d$ を高速に演算できる。また、高速フーリエ変換するに当たり、高速フーリエ変換における基底を細かくし、変換(近似)精度を向上させるため、得られた例えば1024個の信号の後へ0を拡充し、信号の総数を例えばN倍にすることにより、精度をN倍改善できる。

【0031】膜厚 $d$ の演算は、先ず、高速フーリエ変換して得られたデータから次式で近似される振幅反射率(R)を演算し、強度スペクトルの大きさ $|R|^2$ を求める。

【0032】

【数11】

$$R \approx r_1 + r_2 \exp(-2i\delta_1) + r_3 \exp\{-2i(\delta_1 + \delta_2)\} + \dots \\ + r_{N+1} \exp\{-2i(\delta_1 + \delta_2 + \dots + \delta_N)\}$$

【0033】次いで、第j番目のピーク位置に関して次※50※式が成り立つから、各層の既知の屈折率 $n_j$ を利用し且

つ初期値膜厚 $d_{j0}$  ( $j=1\cdots N$ )を設定し、第1ピークから順に計算していくことにより各層の膜厚が計算できる。

【0034】

【数12】

$$2\sum_{i=1}^j n_i d_i = 1/\Delta\sigma$$

$$\Delta\sigma = (M/k_j) \cdot \ell$$

M: 信号の数

$k_j$ : 第j番目のピーク位置

$\ell$ : 分解能 = 測定波数範囲/M

【0035】上記の様に、本発明の膜厚検出方法においては、波長域において、測定対象外の反射スペクトルを低減させ、周波数域において、平滑化微分処理して直流成分を除去し、そして、高速フーリエ変換するため、例えば、多層膜の中の0.4~1.5 $\mu\text{m}$ と言った極めて薄い膜厚を高速に且つ極めて高精度に検出できる。また、ハイパスフィルターを使用して平滑化微分処理した場合には、周波数域における直流成分を効果的に除去できるため、より高精度に膜厚を特定できる。そして、周波数域において改良されたハニング窓またはスレビアン窓による処理を施して高速フーリエ変換した場合には、接近した周波数を高精度で分離でき、一層高精度に膜厚

を特定できる。

【0036】

【発明の効果】本発明に係る多層薄膜の膜厚検出方法によれば、波長域において、測定対象外の層の反射スペクトルを低減させ、周波数域において、平滑化微分処理して直流成分を除去し、そして、高速フーリエ変換するため、多層膜の中の極めて薄い膜厚を高速に且つ極めて高精度に検出できる。

【図面の簡単な説明】

10 【図1】膜厚検出装置の一構成例を示すブロック図

【図2】試料の層構成を模式的に示す断面図

【図3】平滑化微分処理にハイパスフィルターを使用した場合の周波数応答を示す図

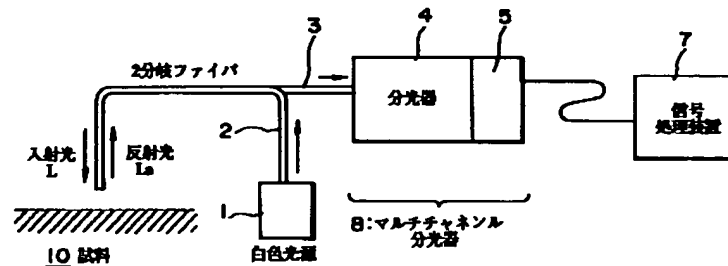
【図4】周波数域の処理において使用されるハニング窓による処理例を示す図

【図5】周波数域の処理において使用されるスレビアン窓による処理例を示す図

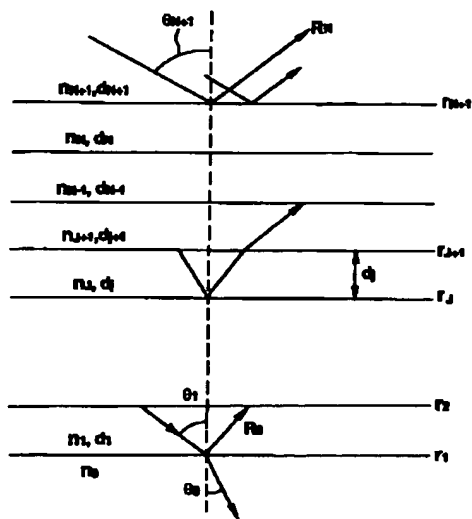
【符号の説明】

- 1 白色光源
- 2 光ファイバ
- 3 光ファイバ
- 4 分光器
- 5 マルチチャンネルディテクタ
- 6 マルチチャンネル分光器
- 7 信号処理装置

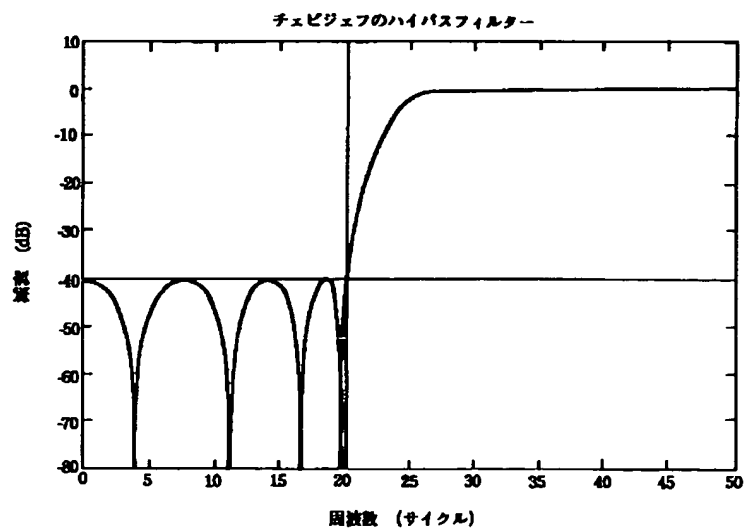
【図1】



【図2】

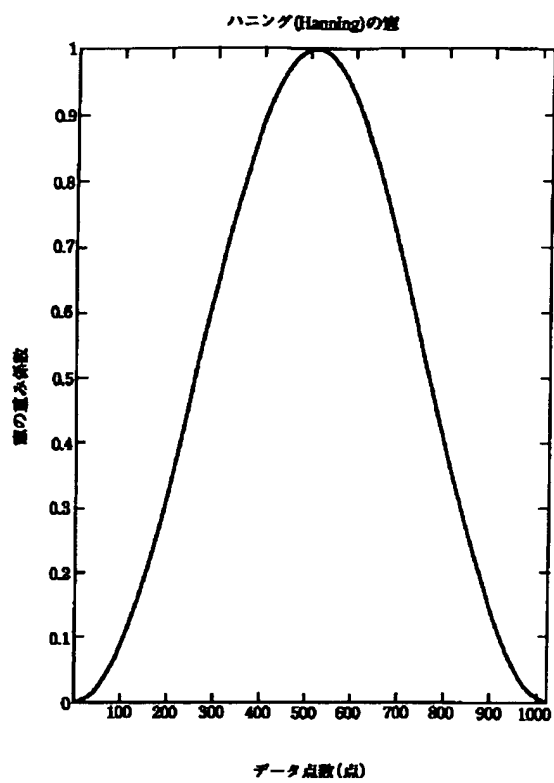


【図3】





【図4】



【図5】

